



MINISTERIO DE ECONOMIA, FOMENTO Y RECONSTRUCCION  
DEPARTAMENTO DE PROPIEDAD INDUSTRIAL


## CERTIFICADO OFICIAL

El Jefe del Departamento de Propiedad Industrial y el Conservador de Patentes de Invención que suscriben, certifican que las copias (24) adjuntas corresponden a una solicitud de Patente de Invención.

Nº 2545-2002

Presentada en Chile con fecha:

06 DE NOVIEMBRE DE 2002

  
ROGELIO CAMPUSANO SAEZ  
Conservador de Patentes de Invención



ELEAZAR BRAVO MANRIQUEZ  
Jefe Departamento de Propiedad Industrial

Santiago, 17 de diciembre del 2002.


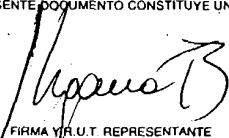

803.844

ORIGINAL

INSTRUCCIONES:

1.- LLENE SOLAMENTE LOS RECUADROS DE TONO ROSADO CON CARACTERES NEGROS DE MAQUINARIO MANUSCRITO).

2.- SE ENTENDE POR PRIORIDAD AQUELLA PROTECCIÓN SOLICITADA O CONCEDIDA ANTERIORMENTE POR EL MISMO INVENTO, GENERALMENTE EN EL EXTRANJERO

22 FECHA DE SOLICITUD  DIA MES AÑO  41  DIA MES AÑO	 REPUBLICA DE CHILE MINISTERIO DE ECONOMIA FOMENTO Y RECONSTRUCCION SUBSECRETARIA DE ECONOMIA DEPTO. PROPIEDAD INDUSTRIAL	11 NUMERO DE PRIVILEGIO  21 NUMERO DE SOLICITUD 2545 2002
12 TIPO DE SOLICITUD <input checked="" type="checkbox"/> PATENTE DE INVENCIÓN <input type="checkbox"/> PATENTE DE PRECAUCIONAL <input type="checkbox"/> MODELO DE UTILIDAD <input type="checkbox"/> DISEÑO INDUSTRIAL <input type="checkbox"/> TRANSFERENCIA <input type="checkbox"/> CAMBIO DE NOMBRE <input type="checkbox"/> LICENCIA		PRIORIDAD: TIPO <input checked="" type="checkbox"/> PATENTE DE INVENCIÓN <input type="checkbox"/> PATENTE PRECAUCIONAL <input type="checkbox"/> MODELO DE UTILIDAD <input type="checkbox"/> DISEÑO INDUSTRIAL ESTADO <input type="checkbox"/> CONCEDIDA <input checked="" type="checkbox"/> EN TRAMITE 31 N° 33 PAIS 32 FECHA
TÍTULO O MATERIA DE LA SOLICITUD  <b>METODO DE PRODUCCION AUTOMATIZADA DE SO<sub>2</sub> PURO          A PARTIR DE AZUFRE Y OXIGENO</b>		
71 SOLICITANTE(S): (APELLIDO PATERNO, APELLIDO MATERNO, NOMBRES - CALLE, COMUNA, CIUDAD, PAIS, TELEFONO) <b>QUIMETAL INDUSTRIAL S.A.          Los Yacimientos 1301, Maipú          Santiago, Chile          3817000          Claro Fernández, Arturo (Gerente General)</b>		
72 INVENTOR O CREADOR: (APELLIDO PATERNO, APELLIDO MATERNO, NOMBRES - NACIONALIDAD)  <b>Labraña Valdivia, Oscar David; Chileno.          Hanke Altmann, Hans; Chileno.</b>		
74 REPRESENTANTE: (APELLIDO PATERNO, APELLIDO MATERNO, NOMBRES - CALLE, COMUNA, CIUDAD, TELEFONO)  <b>Sargent y Krahn          Av. Andrés Bello 2711 P-17          Santiago, Chile          6508240</b>		
DECLARO/ DECLARAMOS QUE LOS DATOS QUE APARECEN EN LOS RECUADROS DE TONO ROSADO SON VERDADEROS Y TAMBIEN CONOCER EL ART. 44 DE LA LEY Nº 19.039 SOBRE PROPIEDAD INDUSTRIAL Y QUE EL PRESENTE DOCUMENTO CONSTITUYE UNA SOLICITUD FORMAL.  FIRMA Y R.U.T. REPRESENTANTE		RECEPCION  87.001.500-3 FIRMA Y R.U.T. SOLICITANTE 



(19) **REPUBLICA DE CHILE**  
MINISTERIO DE ECONOMIA  
FOMENTO Y RECONSTRUCCION  
SUBSECRETARIA DE ECONOMIA



DEPARTAMENTO DE PROPIEDAD INDUSTRIAL

(11) N° REGISTRO

(12) TIPO DE SOLICITUD:

☐

INVENCIÓN

☐

MODELO DE UTILIDAD

☐

PRECAUCIONAL

☐

MEJORA

☐

REVALIDA

(43) Fecha de Publicación:

(51) Int. Cl. °:

(21) Número de Solicitud:

(22) Fecha de Solicitud

(30) Número de Prioridad: (país, n° y fecha)

(72) Nombre Inventor(es): (Incluir dirección)

(71) Nombre Solicitante: (Incluir dirección y tel.)

**QUIMETAL INDUSTRIAL S.A.**

**Los Yacimientos 1301, Maipú**

**Santiago, Chile**

**3817000**

**Claro Fernández, Arturo (Gerente General)**

**Labraña Valdivia, Oscar David**

**Hanke Altmann, Hans**

**Los Yacimientos 1301, Maipú**

**Santiago, Chile**

(74) Representante: (Incluir dirección y teléfono)

**Sargent y Krahn**

**Av. Andrés Bello 2711 P-17**

**Santiago, Chile. 650 82 40**

(54) Título de la Invención: (máximo 330 caracteres)

**METODO DE PRODUCCION AUTOMATIZADA DE SO<sub>2</sub> PURO A PARTIR  
DE AZUFRE Y OXIGENO.**

(57) Resumen: (máximo 1600 caracteres)

Se describe un método de producción automatizada de SO<sub>2</sub> líquido de pureza sobre 99,9% a partir de azufre elemental y oxígeno puro, en presencia de SO<sub>2</sub> recirculado del propio sistema de producción en circuito cerrado. La temperatura de combustión del azufre se controla a través de razones de S, O<sub>2</sub> y SO<sub>2</sub>, pre-determinadas. La automatización se establece en base a sensores de oxígeno, y a medidores de flujo de azufre y de SO<sub>2</sub> con sus respectivos lazos de control con válvulas proporcionales que permiten un control fino de la reacción de combustión del azufre. La licuación del SO<sub>2</sub> gaseoso producido se hace alternativamente con una planta de frío que opera entre -10 y -60 °C, o con una unidad de compresión que opera entre 3,8 y 5,0 bar de presión. La automatización permite un óptimo control de la temperatura, y una producción limpia de SO<sub>2</sub>.

## MEMORIA DESCRIPTIVA

La obtención de  $\text{SO}_2$  a partir de azufre elemental, es un proceso ampliamente utilizado en la industria. Sin embargo cuando se requiere un producto de alta pureza, en cantidades industriales y que además no sea contaminante del medio ambiente, los procesos que cumplen tales requisitos o son para producciones pequeñas, o inevitablemente producen contaminación, o requieren de muchas operaciones unitarias de purificación, debido a que utilizan aire o hidrocarburos como comburente, o azufre a oxidar como líquido.

El proceso que se describe en esta invención, corresponde a una oxidación que supera las limitantes generales antes planteadas y además, lo hace con un control de la energía y de las operaciones unitarias de purificación mejor que los estándares conocidos.

La patente US 5.204.082 de Schendek (1993), describe un método de preparación de  $\text{SO}_2$  de alta pureza basado en la combustión sumergida de azufre elemental en estado líquido, utilizando tanto aire como oxígeno puro. Este método tiene el inconveniente de arrastrar desde el azufre líquido, que se encuentra tanto como reactivo y como disolvente, partículas de azufre no combustionado. El método por lo tanto utiliza varias operaciones unitarias para separar tales partículas de azufre arrastrado desde la fase de combustión.

Esta combustión tiene la característica de tener un exceso de azufre en relación al aire u oxígeno de reacción, produciendo una combustión que provoca reacciones colaterales del azufre que constituyen subproductos de la reacción; el propósito principal del método es separar el azufre desde los gases de combustión, para la purificación del  $\text{SO}_2$  sin atender a los gases que no son  $\text{SO}_2$ .

Para ello se hace necesario controlar cuidadosamente la temperatura del azufre fundido dada la particularidad de variación de su viscosidad con la temperatura, para evitar dificultades en el flujo del azufre líquido que se está combustionando. Es decir, esta combustión sumergida tiene la característica de requerir un buen control de la temperatura del azufre líquido y su reciclaje posterior para obtener una alta pureza, sin mayor preocupación de los subproductos gaseosos que se producen junto al  $\text{SO}_2$ .

La patente US 6.045.770 de Battles (2000), describe la preparación de  $\text{SO}_2$  a partir de azufre granulado o emulsificado, por oxidación con aire en un horno de combustión de azufre. La reacción a partir de una emulsión de azufre, consistente en una suspensión de azufre (70%) en agua (30%) con partículas de azufre de 4 – 6  $\mu\text{m}$ , se hace en un quemador de azufre, el que lo atomiza a un estado de azufre neblina o nebulizado para su combustión en un horno de azufre. Esta humedad durante la combustión genera ácido sulfúrico como un contaminante significativo del proceso.

Dado que el polvo de azufre puede explotar, la combustión con azufre granulado requiere de un gas inerte tal como nitrógeno o  $\text{CO}_2$  que sirva de medio inerte o diluyente de los reactivos de combustión, evitando así un eventual descontrol no sólo de la temperatura sino también de los tipos de productos de la combustión.

Los procesos descritos anteriormente, el de combustión sumergida y el de combustión de azufre atomizado con aire, tienen la característica de requerir un control seguro de la temperatura del azufre líquido debido a sus abruptas variaciones de la viscosidad con la temperatura, además de que el azufre sublima y al condensarse forma cristales, de modo que los estanques de almacenamiento del azufre necesitan estar debidamente protegidos contra estos cambios de temperatura.

También el azufre sólido industrial normalmente va acompañado de trazas de sulfuro de hidrógeno,  $H_2S$ , o de hidrocarburos que son constituyentes de la fuente de azufre y que se emiten a la atmósfera transformados luego de la combustión.

La patente JP 26011 de Chibooru B. (Bayer AG, 1983), utiliza la combustión de azufre con oxígeno a  $1.000 - 1.100\text{ }^{\circ}\text{C}$  con el agregado de ácido sulfúrico de concentración 20 a 90%, en lugar de los  $800 - 1300\text{ }^{\circ}\text{C}$  que se requieren sin el agregado del ácido sulfúrico. La pureza del  $SO_2$  producido sin embargo no es elevada, especialmente cuando para esta baja temperatura se requiere agregar además hidrocarburos como combustible que compense la menor temperatura.

La patente JP 309707 de Araki K. (Mitsubishi Heavy Ind. Ltd., 1997), describe un equipo para producir  $SO_2$  de alta pureza, basado en la combustión de azufre sólido con oxígeno o con aire enriquecido en oxígeno. Los gases de la combustión son enfriados con  $H_2O$ ; el  $SO_3$  es removido con un colector de polvo eléctrico tipo húmedo y un separador de gases para sacar el  $O_2$  no reaccionado, el  $CO_2$ , y el  $N_2$  en su caso. Este sistema sin embargo requiere varias etapas de purificación para llegar a un  $SO_2$  de alta pureza.

Estas patentes permiten apreciar que todos los procesos descritos requieren trabajar con las impurezas que se producen en la oxidación del azufre, o combustión, para llegar a un proceso que ofrezca  $SO_2$  puro.

La presente invención, sin embargo, permite evitar no sólo el crítico control de la temperatura de oxidación misma, sino simplificar las operaciones unitarias dado que la combustión con oxígeno puro, diluido con  $SO_2$  producido en el sistema mismo como un sistema cerrado, hacen que sus ventajas sean claras para cualquier persona experimentada en el arte, ya que por oxidación autocontrolada térmicamente se produce  $SO_2$  de alta pureza. La automatización que se introduce en esta invención permite no sólo un mejor control del proceso, sino también una producción de capacidad variable.

## **Descripción de los Dibujos**

La figura 1 es una representación del diagrama de flujo que muestra el sistema de producción de  $\text{SO}_2$  desde la alimentación del azufre hasta la salida de  $\text{SO}_2$  final, y el retorno de éste como diluyente y refrigerante de la reacción de oxidación, con licuación por una planta de frío.

La figura 2 representa el circuito electrónico del control automatizado de la planta; se muestra en ella los sensores de oxígeno, y los sensores de flujo y sus respectivos lazos de control.

La figura 3 es un diagrama esquemático del quemador donde se muestra las entradas y distribución del gas comburente, como gas primario, secundario y terciario usado para la combustión controlada del azufre atomizado.

La figura 4 muestra la planta de producción de  $\text{SO}_2$  con el sistema de licuación por compresión (15).

## **DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION**

El sistema de producción automatizada de  $\text{SO}_2$  que se describe en esta invención corresponde al control automatizado de la planta, basado en sensores de oxígeno y en sensores de flujo tanto de oxígeno como de azufre. Además esta descripción muestra como al variar las cantidades de  $\text{SO}_2$  líquido o producto final, varían controladamente tanto los flujos de oxígeno, de azufre, y de  $\text{SO}_2$  de retorno que no se ha licuado.

De esta forma se hará una descripción del proceso en su funcionamiento para una cantidad de producto de 5 a 30 toneladas por día, teniendo presente que para cantidades mayores de 30 toneladas por día se requiere de un quemador de mayor capacidad.

La descripción del proceso se hace con referencia al diagrama de flujo general que se muestra en la figura 1. La incorporación de sensores para oxígeno, para flujo azufre y para el flujo de  $\text{SO}_2$  se muestran en la figura 2 que representa específicamente a estos componentes del proceso. Las características de la combustión se hacen con referencia a la figura 3 que representa la estructura del quemador con su atomizador para una capacidad de producción de no superior a 30 toneladas por día. Para mayores producciones se requiere sólo el cambio de quemador, y una cámara de combustión también apropiada a dicha capacidad. La figura 4 por su parte representa el sistema de licuación del  $\text{SO}_2$  producido por compresión como una alternativa al sistema de licuación por enfriamiento solamente.

La figura 2 representa el diagrama de control del proceso automatizado en detalle. En esta figura se muestran: el sensor de oxígeno de retorno, AE/AIT-17, que entra junto con el  $\text{SO}_2$  de retorno, medido con el sensor de flujo FIT 17; el sensor de flujo de oxígeno puro, FIT 09, el sensor de flujo de azufre, FIT 05, así como el lazo de control respectivo.

De esta manera, de acuerdo a los detalles de las figuras 1 a 4, en el estanque de almacenamiento (1) se hace entrar un flujo de azufre de 170 kg/hr en estado sólido o líquido que se mantiene luego a una temperatura de 125 – 130 °C con el vapor de agua que se produce a continuación de la cámara de combustión (4) en el intercambiador de calor (10) de este proceso. Este azufre se ingresa al estanque de alimentación (2) que se mantiene a una temperatura de 130 a 135 °C con el mismo vapor que se produce luego de la combustión del azufre en el intercambiador multietapas (10); este vapor de agua es el mismo que después de transferir parte de su calor al estanque de alimentación (2), se lleva al estanque de



almacenamiento (1). Estas dos etapas tienen por finalidad mantener en estado líquido el azufre para su manipulación y para separar las impurezas propias del suministro, en particular las más pesadas y la humedad.

El azufre de alimentación se mantiene líquido en el rango de 130 – 135 °C en el estanque de alimentación (2) y desde ahí se alimenta al atomizador (3), representado en detalle en figura 3, con una bomba de fluidos estándar (5), dado que a esa temperatura no ofrece problemas de viscosidad. En este rango de temperatura, la viscosidad es menor a 10 mPa/s. Como antecedente, el azufre sobre 160 °C aumenta su viscosidad rápidamente hasta alcanzar valores de 80.000 mPa/s a 190 °C. El azufre líquido se introduce al quemador (3) que es parte de la cámara de combustión (4).

La figura 3 muestra la estructura del quemador (3) en detalle. A este quemador van a ingresar el retorno de  $\text{SO}_2$  (17) que contiene oxígeno no consumido de la oxidación previa; a este  $\text{SO}_2$  se agrega oxígeno puro (9) antes de que entre al quemador constituyendo el comburente que tiene  $\text{SO}_2$  como diluyente y refrigerante.

Por la parte posterior central del quemador (3) se hace entrar el azufre licuado (5), y por otra entrada también posterior (6) y paralela a la entrada de azufre (5), se hace entrar el  $\text{SO}_2$  de retorno enriquecido con  $\text{O}_2$  denominado “gas primario” (6). Este gas primario es el que se introduce en forma envolvente con el azufre líquido que es luego pulverizado por efecto de la rotación a alta velocidad de la copa móvil del atomizador en el quemador generando microgotas. Esta mezcla de  $\text{SO}_2$ , oxígeno, y azufre finamente pulverizado en microgotas, sale de la copa rotatoria del atomizador y entra a la cámara de combustión (4) donde se produce la etapa de combustión oxidativa del azufre que se transforma en  $\text{SO}_2$  puro por la acción del oxígeno que es parte del gas de combustión y que se denomina gas terciario (8).

El resto del flujo de retorno, envuelve al quemador internamente, actuando como refrigerante y aislando térmicamente todo el frente del quemador, denominándose gas secundario (7); en dicha función el gas se precalienta pasando así al interior de la cámara de combustión (4) en donde diluye y enfria la masa total generada en la combustión. Este es el gas-terciario (8) con el cual en la cámara de combustión, la temperatura no supera los 1231 °C, debido al efecto diluyente y refrigerante del SO<sub>2</sub>.

Este control de temperatura dentro de la cámara de combustión (4) se consigue gracias a un adecuado manejo de los gases de retorno de SO<sub>2</sub> (17) que se consigue con la automatización en base al sensado del oxígeno de retorno; con esto se logra una temperatura de la combustión superior a 1144 °C ± 50 °C, e inferior a 1231 °C. En dichas condiciones el proceso es fácil de controlar y con el resultado de un SO<sub>2</sub> de alta pureza.

Los gases de combustión a la temperatura de 1167 ± 50 °C se hacen pasar a continuación a través de un intercambiador de calor multietapas con agua (10) mostrado en la figura 1, generándose vapor de agua a una temperatura promedio de 145 - 160 °C que se utiliza principalmente para mantener el azufre de alimentación (2) que entrará al quemador (3), y el de almacenamiento (1), en estado líquido. El exceso de vapor producido puede ser usado para otras operaciones unitarias de intercambio de calor propios de una planta industrial de productos químicos.

El efluente de la conversión de azufre a SO<sub>2</sub> que sale del intercambiador de calor multietapas a una temperatura mayor o igual a 192 °C, se somete a un intercambiador de calor con aire atmosférico (11), de modo que a la salida de éste, la temperatura de los gases de combustión es de 85 ± 5 °C.

Los gases se pasan a continuación a una torre (12) de eliminación de  $\text{SO}_3$ , y de humedad que eventualmente pudieran ingresar al sistema, con  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (13) concentrado de 98 %, y a 30 °C. Esta torre está provista de un atrapador de gotas de ácido sulfúrico (14) de modo que los gases que pasan por él están constituidos esencialmente por  $\text{SO}_2$ , y por  $\text{O}_2$  que no reaccionó en la cámara de combustión.

Toda la masa de gases provenientes de la cámara de combustión es movida con un soplador (18), y la masa que entra a la planta de frío se mueve con el soplador (19); la masa de retorno a la cámara de combustión se efectúa con el soplador (20).

Del total de la masa movida por el soplador (18) hasta un 30 % se hace circular hacia la planta de frío (15) por medio del soplador (19). Esta planta de frío opera a una temperatura de -30 a -60 °C. De esa fracción de gases, una gran parte se licúa constituyendo el  $\text{SO}_2$  como producto final (16), y la otra parte enfriada constituye esencialmente  $\text{SO}_2$  y  $\text{O}_2$ ; ambos se reingresan al sistema a través del soplador (20). Este  $\text{SO}_2$  de retorno (17) que constituye aproximadamente el 80 % del flujo total de  $\text{SO}_2$ , se conduce a la cámara de combustión (4); pero antes de ingresar a ella, se mezcla con el oxígeno puro (9) para formar la mezcla comburente que entra al quemador de combustión.

De esta forma, el  $\text{SO}_2$  producido participa en un sistema o circuito cerrado para actuar a continuación como diluyente y refrigerante de la oxidación del azufre elemental.

Como una alternativa al proceso de licuación del  $\text{SO}_2$  por enfriamiento descrito anteriormente, se puede utilizar la vía también eficiente, de licuación por medio de un compresor que opera entre 3.8 a 5.0 bar de presión conjuntamente con enfriamiento por agua permitiendo una licuación de fácil control. Esto se representa en la figura 4 en que se puede apreciar una planta de producción de  $\text{SO}_2$  automatizada con producción de  $\text{SO}_2$  líquido por compresión con su unidad de compresión (15) y el estanque pulmón (21). Los gases no comprimidos

retornan al sistema de recirculación a través del estanque pulmón desde donde un soplador (20) lo integra al resto del  $\text{SO}_2$  que retorna a la cámara de combustión (4).

Hay que destacar que en el proceso anteriormente descrito se trabaja siempre en ausencia de nitrógeno (el oxidante es oxígeno puro), distinto a otros sistemas industriales de producción de  $\text{SO}_2$ . El estanque de almacenamiento (1) en donde se mantiene licuado el azufre entre  $125 - 130^\circ\text{C}$ , dispone de una campana con chimenea y extracción de aire forzado que permite evacuar la humedad y el nitrógeno que haya presente en el azufre; de este modo se elimina toda posible impureza de nitrógeno no deseable en el sistema de circuito cerrado que posee la planta al momento de combustionar el azufre.

El punto de partida del proceso en planta se inicia con un barrido del circuito cerrado completo con oxígeno puro para eliminar todo vestigio de nitrógeno y otros gases que acompañan al aire y que podrían eventualmente contaminar la producción de  $\text{SO}_2$  licuado. Este barrido con oxígeno es liberado a la atmósfera a través de la planta de frío o de la planta de compresión si se usa esa alternativa de licuar, antes de dar inicio al proceso de combustión y de licuación de  $\text{SO}_2$ . Por lo tanto el método de producción de  $\text{SO}_2$  está exento de la presencia de nitrógeno u otro gas que no sea oxígeno puro.

Los análisis químicos de azufre permiten determinar como impureza significativa de este hidrocarburos policíclicos aromáticos, determinados a través de extracción con acetonitrilo y detección por UV en HPLC como técnica estándar de análisis. Igualmente se hacen análisis del  $\text{SO}_2$  producido a la salida de la planta de frío de este sistema, encontrándose que la máxima impureza del  $\text{SO}_2$  corresponde a trazas de hidrocarburos policíclicos sulfonados; la sulfonación se produce luego del paso por la cámara de combustión del azufre en oxidación. Los análisis muestran que esta impureza no supera el 0,05 %, sin descartar la eventual presencia de humedad y  $\text{H}_2\text{SO}_4$  en partes por millón.

Como puede observarse, la lógica de control está basada en la regulación del flujo de  $O_2$  a la entrada al quemador en base al flujo de S y del  $SO_2$  que es refrigerante y diluyente de la reacción. El control se realiza modificando la cantidad de  $O_2$  de manera de tener una razón  $O_2 : S$  constante en función del oxígeno retornado junto al  $SO_2$  con un leve exceso que no supera el 5 % del estequiométrico.

Los flujos involucrados en el control, representados en la figura 2, son:

F05 : Flujo de S

F09 : Flujo de  $O_2$

F17 : Flujo de refrigerante/diluyente.

Para medir el flujo de S, F 05 , se utiliza un sensor de flujo tipo sónico (FE/FIT-05). De la misma forma se mide el caudal de  $O_2$ , F09 , y el flujo de  $SO_2$  de retorno F17 , con rotámetros (FIT-09) y FIT-17) respectivamente. El caudal de azufre se ajusta mediante la válvula proporcional FV.05, y el  $O_2$  se controla con una válvula proporcional FV-07. El contenido o concentración de  $O_2$  que va en el flujo F17, se mide mediante un sensor de  $O_2$  (AE/AIT-17).

El primer lazo de control consiste en la regulación del caudal de S al quemador mediante el medidor de flujo 05 y la válvula de control 05.

El segundo lazo de control consiste en la regulación del caudal de  $O_2$  mediante el medidor de flujo 09 y la válvula de control 09. El ajuste del caudal se realiza de manera de mantener la relación  $S : O_{2(total)}$  constante. El  $O_2$  total se obtiene de la suma del  $O_2$  puro más el aporte de  $O_2$  del retorno, el que se calcula mediante el sensor de flujo 17, y el analizador de  $O_2$  17

El sistema de control permite ajustar hasta un máximo de 5 % de exceso de oxígeno sobre el estequiométrico. De la misma manera el sistema de control define un exceso de 2 % de oxígeno como un mínimo sobre el estequiométrico.

La reacción de oxidación, o combustión, del azufre se evalúa previamente para conocer las cantidades y proporciones de los reactantes a mezclar para su reacción; esto se hace con el programa de simulación de reacciones HSC de Outokumpu<sup>(TM)</sup>. Este programa provee para distintas mezclas la temperatura de reacción que se alcanza en la cámara de combustión para distintas razones de masa de O<sub>2</sub>, S, y SO<sub>2</sub> del circuito cerrado de oxidación.

Por ejemplo para:



si las masas de los reactantes y SO<sub>2</sub> de retorno son las que se indican más abajo, la temperatura de reacción predicha es aquella indicada en la cuarta columna de la siguiente Tabla:

S (gr)	O <sub>2</sub> (gr)	SO <sub>2</sub> (gr)	T (°C)
32,00	32,64	0	5018,8
32,00	33,60	0	5018,7
32,00	32,63	243,42	1211,56
32,00	33,60	243,42	1211,53
32,00	32,63	256,23	1167,57
32,00	33,60	256,23	1167,55
32,00	32,63	262,64	1146,88
32,00	33,60	262,64	1146,75

La temperatura que se alcanza en la cámara de combustión es dependiente principalmente de la razón  $S : O_2 : SO_2$ , y no tanto de la temperatura del comburente que ingresa al quemador; si la temperatura del  $SO_2$  que ingresa al quemador es variable, la temperatura de reacción es la que se indica a continuación para la proporción, expresada en gramos:

$$S : O_2 : SO_2 = 32 : 33,6 : 256,2$$

Temperatura del $SO_2$ de retorno	Temperatura de reacción:
0 °C	1164,77 °C
15 °C	1167,55 °C
30 °C	1175,93 °C
50 °C	1187,28 °C

La descripción dada anteriormente con las particularidades del proceso mismo de oxidación sin gases generadores de subproductos, como el nitrógeno, y sólo con oxígeno puro diluido con  $SO_2$  producido en el sistema en circuito cerrado; la alta pureza del  $SO_2$  controlada por análisis antes y después de la combustión; su escalamiento para distintas capacidades de producción; las distintas vías para obtener  $SO_2$  líquido ya sea por enfriamiento o por compresión; así como la simulación computacional del proceso de oxidación, indican para cualquier persona experta en esta área de procesos, que el sistema ofrece significativas ventajas respecto al estado de la técnica que no es automatizado y que no funciona en circuito cerrado como el que se describe en esta solicitud de patente.

El control automatizado de los flujos de azufre y de oxígeno que se hace en base al sensado de oxígeno de retorno, constituye la base de la eficiencia del proceso de obtener  $\text{SO}_2$  licuado de alta pureza en forma segura y libre de toda contaminación ambiental.



## REIVINDICACIONES

1. Un método de producción automatizada de  $\text{SO}_2$  puro, a partir de azufre elemental y oxígeno en presencia de  $\text{SO}_2$ , CARACTERIZADO por ser un sistema de combustión completamente regulado.
2. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 1 CARACTERIZADO porque el  $\text{SO}_2$  se usa como refrigerante y como diluyente de los reactantes y corresponde a una fracción del  $\text{SO}_2$  producido en la oxidación del azufre.
3. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 1 CARACTERIZADO porque el oxígeno que no se consume durante la combustión, es reingresado a la cámara de combustión del azufre junto con el  $\text{SO}_2$  de retorno
4. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a las reivindicaciones 1, 2, y 3 CARACTERIZADO porque la temperatura de la combustión del azufre se controla manteniendo una razón determinada de S,  $\text{O}_2$ , y  $\text{SO}_2$ .
5. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 4 CARACTERIZADO porque la razón S :  $\text{O}_2$  :  $\text{SO}_2$ , expresada en gramos, que entra a la cámara de combustión se regula en el rango de 32 : 32,63 : 243,42 hasta 32 : 33,6 : 262,64, y más preferentemente a 32 : 32,63 : 256,23

6. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a las reivindicaciones 1 a la 5  
CARACTERIZADO porque la regulación del oxígeno que entra a la cámara de combustión se hace en base a un sensor en línea del oxígeno que retorna a la cámara de combustión luego de las etapas de purificación y enfriamiento, del  $\text{SO}_2$  producido en circuito cerrado.
7. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 6  
CARACTERIZADO porque la regulación del oxígeno puro que se agrega al oxígeno de retorno, antes de entrar en la cámara de combustión, se hace en base a una válvula proporcional controlada por el sensor de oxígeno de retorno..
8. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 7  
CARACTERIZADO porque el sistema de regulación automatizado permite un control de oxígeno que entra a la cámara de combustión de 2% - 5% en exceso respecto del valor estequiométrico de S y  $\text{O}_2$ .
9. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a las reivindicaciones 1 a la 5  
CARACTERIZADO porque la cantidad requerida de azufre se controla en base a un sensor de flujo de azufre.
- 10.- Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 9  
CARACTERIZADO porque de acuerdo a la producción deseada de  $\text{SO}_2$  final, se regula la entrada de azufre a la cámara de combustión mediante una válvula proporcional controlada por el sensor de oxígeno de retorno.
11. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 10,  
CARACTERIZADO porque el azufre en estado líquido se hace entrar a la cámara de combustión a una temperatura entre 130 y 135 °C mantenido por medio del vapor de agua producido en un intercambiador de calor multietapas post cámara de combustión.

12. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a las reivindicaciones 1, y 11 CARACTERIZADO porque la combustión se produce a partir de azufre elemental líquido, en estado de microgotas pulverizadas, que se producen en el atomizador de combustión del quemador.
13. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a las reivindicaciones 1 a la 12, CARACTERIZADO porque en la cámara de combustión se mantiene una temperatura promedio de  $1167,5\text{ }^\circ\text{C}$ , preferentemente superior a  $1100\text{ }^\circ\text{C}$  e inferior a  $1250\text{ }^\circ\text{C}$ , y más preferentemente a  $1160\text{ }^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ .
14. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 13, CARACTERIZADO porque el  $\text{SO}_2$  formado contiene pequeñas cantidades de  $\text{SO}_3$  que se absorben en una torre de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  de 98% en contracorriente.
15. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 13, CARACTERIZADO porque una fracción de hasta un 30 % del  $\text{SO}_2$  generado y el oxígeno remanente secos, se pasan a una planta de frío que opera entre  $-10$  y  $-60\text{ }^\circ\text{C}$ , licuándose una gran parte del  $\text{SO}_2$  que constituye el  $\text{SO}_2$  final líquido.
16. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 13, CARACTERIZADO porque una fracción de hasta un 30 % del  $\text{SO}_2$  generado y el oxígeno remanente secos, ingresan alternativamente a una unidad de licuación por compresión, que opera entre 3.8 y 5.0 bar de presión y un enfriador de agua que opera bajo los  $32\text{ }^\circ\text{C}$ , permitiendo una licuación de una gran parte del  $\text{SO}_2$  que constituye el  $\text{SO}_2$  final líquido.
17. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicaciones 8, y 15 o 16, CARACTERIZADO porque la capacidad de licuación de  $\text{SO}_2$  se ve favorecida al no contar con un exceso incontrolado de masa de oxígeno y una mayor concentración de  $\text{SO}_2$  gaseoso.

18. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a las reivindicaciones 15 o 16, CARACTERIZADO porque hasta un 70 % del  $\text{SO}_2$  que no pasa por la planta de frío, va de retorno como refrigerante y diluyente al quemador de la cámara de combustión de azufre, previa mezcla con el  $\text{SO}_2$  gas que no se licuó, además del oxígeno residual no reaccionado.
19. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a las reivindicaciones 1 a 18, CARACTERIZADO porque el  $\text{SO}_2$  producido tiene una pureza sobre el 99.90 %.
20. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 19 CARACTERIZADO porque el contenido de azufre elemental es inferior a 2 ppm.
21. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a las reivindicaciones 19 y 20, CARACTERIZADO porque la mayor impureza detectada en el  $\text{SO}_2$  final, corresponde a hidrocarburos aromáticos policíclicos contenidos en el azufre original.
22. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 21, CARACTERIZADO porque los compuestos aromáticos de las impurezas se encuentran sulfonados después de la oxidación del azufre.
23. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a todas las reivindicaciones anteriores, CARACTERIZADO porque el proceso en su totalidad es no contaminante para el medio ambiente, y energéticamente favorable.
24. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 23, CARACTERIZADO porque el control automatizado de la combustión permite trabajar en condiciones óptimas de proporción requerida de los reactantes y de seguridad del proceso.

25. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 24, **CARACTERIZADO** porque la energía controlada del proceso permite una mayor durabilidad de los equipos asociados.
26. Un método de producción de  $\text{SO}_2$  de acuerdo a la reivindicación 24, **CARACTERIZADO** porque permite un uso más racional de la energía como medio de generación de vapor tanto para el proceso mismo como para otros procesos complementarios de la planta de producción.

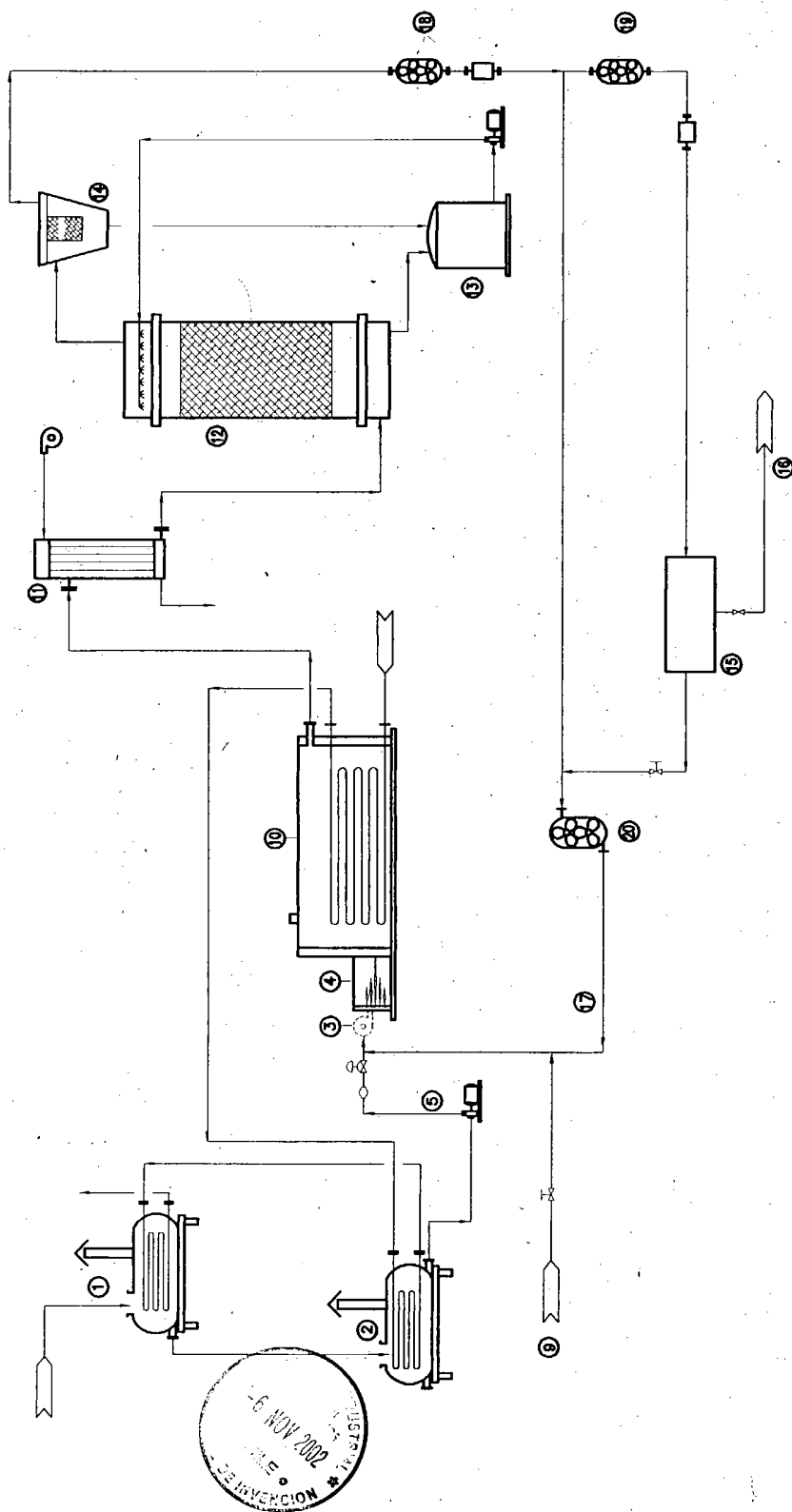


FIG-1



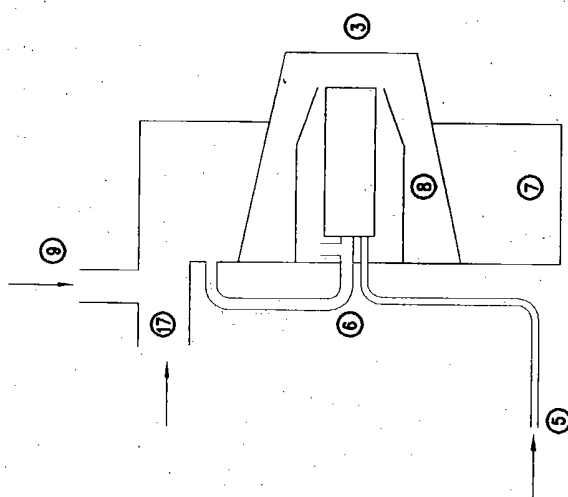


FIG-3





